

В процессе выполнения работы апробированы методики измерений массовой концентрации меди (II), марганца (II) и алюминия (III) и построены градуировочные графики зависимости оптической плотности от концентрации данных ионов [1-3]. Методики измерений апробированы на модельных растворах.

Исследовано влияние хлорид-, сульфат-, фосфат-, нитрат- ионов, а также анионоактивных ПАВ (линейная алкилбензосульфокислота марки А и лаурилсульфат натрия). Установлено, что из изученных компонентов существенное влияние на результаты определения оказывают хлорид-ионы и анионоактивные ПАВ.

На основании экспериментальных данных создан образец для контроля, содержащий ионы меди (II), марганца (II), алюминия (III), хлорид-, и сульфат-анионы, а также разработаны смеси указанных ионов и анионоактивных ПАВ. Рассчитаны аттестованное значение и расширенная неопределенность показателей качества разработанного образца. Оценены его однородность и стабильность.

1. ГОСТ 4388-72. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди. М. : Изд-во стандартов, 2003. С. 417–425.

2. ПНД Ф 14.1:2.61-96. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с применением персульфата аммония. М. : Мин-во охраны окружающей среды и природ. ресурсов РФ, 2004. 16 с.

3. ПНД Ф 14.1:2.4.166-2000. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия в пробах природных, очищенных сточных и питьевых вод фотометрическим методом с алюминоном. М. : Гос. комитет РФ по охране окружающей среды, 2004. 15 с.

ВЫСОКОТОЧНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА В ФЕРРОВОЛЬФРАМЕ МЕТОДАМИ ИСП-АЭС И РФА

Бунаков А.В.⁽¹⁾, Пупышев А.А.⁽¹⁾, Майорова А.В.⁽²⁾, Печищева Н.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт металлургии УрО РАН
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

В настоящее время определение содержания вольфрама в ферровольфраме в РФ регламентируется ГОСТ 14638.1-81 с использованием

гравиметрических методик, обладающих значительной продолжительностью и трудоемкостью. Альтернативой этим методикам может служить атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) и рентгено-флуоресцентный анализ (РФА).

Для повышения точности определений методом ИСП-АЭС применяли внутренний стандарт (IS). Подбор оптимального внутреннего стандарта проводили теоретически с использованием метода термодинамического моделирования, применяя программу расчета многокомпонентного высокотемпературного равновесия «Астра», согласно [1]. В качестве IS были выбраны два элемента - скандий и гадолиний. Об эффективности действия IS судили по тому, насколько уменьшился наклон теоретических зависимостей относительных интенсивностей спектральных линий $I_W/I_{IS} = f(T, V_{Ar}, V_{p-pa})$ по сравнению с $I_W = f(T, V_{Ar}, V_{p-pa})$ (без IS). Применение скандия в качестве внутреннего стандарта оказалось более предпочтительным, чем гадолиния. Экспериментальная проверка подтвердила эффективность использования IS. Разброс результатов анализа, характеризуемый величиной относительного стандартного отклонения (OCO), в среднем в 5 раз меньше с применением IS.

Пробоподготовка для РФА включала следующие стадии: измельчение исходного образца в вибромельнице в циркониевой ступке, добавление связующего (воска), гомогенизация, прессование. Количественное определение вольфрама в ферровольфраме проводили с помощью рентгено-флуоресцентного спектрометра с волновой дисперсией S4 Explorer фирмы Bruker. Для выбора оптимальных условий возбуждения и регистрации спектров проводили многофакторное планирование. Операционные параметры съемки W: линия $L\alpha_1$, напряжение на трубке 40 кВ, ток на трубке 25 мА, кристалл-анализатор LiF200, сцинтилляционный детектор. Для учета матричных влияний использовали альфа-коррекцию, что позволило получить минимальное стандартное отклонение результата анализа. Для построения градуировочного графика использовали стандартные образцы ферровольфрама. Полученный график охватывает диапазон W от 70.7 до 83 % мас. Стандартное отклонение определения концентраций W составило 0,13 % мас.

В результате выполнения данной работы достигнута принципиальная возможность высокоточного определения вольфрама в ферровольфраме экспрессными и точными аналитическими методами ИСП-АЭС и РФА.

1. Пупышев А.А. Данилова Д.А. Термодинамическое моделирование для атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной

плазмой : Учеб. пособие. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2005. 75 с.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы Президиума РАН. №12-Р 3-1004.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ РЕАКЦИЙ ГЕНЕРИРОВАНИЯ СВОБОДНЫХ РАДИКАЛОВ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Газизуллина Е.Р., Герасимова Е.Л., Иванова А.В.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Химические реакции с участием свободных радикалов, протекающие в живых организмах, являются одними из основных процессов, обеспечивающих нормальную жизнедеятельность. Поэтому создание простых и информативных методов их исследования является весьма актуальной задачей. Особое внимание уделяют изучению радикальных реакций, использующихся для исследования антиоксидантных свойств различных объектов. Существующие методы исследования кинетики радикальных реакций либо сложны, либо имеют ряд ограничений по использованию. В частности, несовпадение экспериментальных условий, в которых проводится определение кинетических параметров радикальной реакции, и условий исследования антирадикальных свойств, в которых используются полученные кинетические данные. Решение данной проблемы возможно при использовании предлагаемого потенциометрического метода.

Одной из наиболее распространенных моделей радикальной реакции является реакция термического распада азоинициатора 2,2'-азобис(2-метилпропионамидин) дигидрохлорида (AAPH) с образованием пероксильных радикалов. Кинетические параметры данной реакции определяли потенциометрическим методом с использованием в качестве реагента восстановленной формы металла в составе комплексного соединения - соединения Fe(II) с различными лигандами (CN-, SCN-, EDTA). Результатом взаимодействия пероксильных радикалов с реагентом является образование окисленной формы реагента и возникновение обратимой электрохимической системы, потенциал которой подчиняется уравнению Нернста. При этом наблюдается увеличение потенциала в зависимости от времени взаимодействия реагента с генерируемыми радикалами. Зависимость концентрации реагента от времени имеет линейный вид. Скорость уменьшения концентрации исходного реагента (ско-